

Kesan Suhu dan Kadar Terikan ke atas Sifat Regangan Komposit Getah Asli Termoplastik (HDPE/NR) Berpenguat Gentian Karbon Pendek

Sahrim Hj. Ahmad dan Nor Hasimah Mohamed

*Program Sains Bahan
Fakulti Sains Fisis dan Gunaan
Universiti Kebangsaan Malaysia
43600 Bangi, Selangor Darul Ehsan, Malaysia*

Received: 19 Julai 1999

ABSTRAK

Komposit getah asli termoplastik (TPNR) berpenguat gentian karbon dengan arah orientasi rawak telah dihasilkan dengan kaedah pengadunan leburan menggunakan gentian yang dirawat dengan asid sulfurik dan gentian tanpa rawatan. Kesan rawatan permukaan gentian, kadar terikan dan suhu terhadap sifat mekanik komposit TPNR dikaji pada pelbagai komposisi gentian (10% - 40%). Keputusan menunjukkan kekuatan regangan meningkat dengan penambahan gentian. Didapati kekuatan regangan juga meningkat dengan kadar terikan dari 10^{-3} hingga 10^{-1} s^{-1} dan menurun dengan peningkatan suhu persekitaran. Keputusan juga menunjukkan bahawa sifat mekanik komposit TPNR dengan gentian yang dirawat meningkat dengan peningkatan komposisi gentian berbanding dengan gentian tanpa rawatan. Mikrograf Mikroskop Imbasan Elektron (SEM) pada permukaan patah pula jelas menunjukkan terdapatnya pelekatan yang baik antara gentian dan matrik pada komposit TPNR yang dirawat asid sulfurik.

Kata kunci: getah asli termoplastik, komposit TPNR, gentian karbon, rawatan permukaan

ABSTRACT

Thermoplastic natural rubber (TPNR) composite was prepared using melt blending method. The TPNR composites have been made with carbon fibers with random planar orientation both with treated and untreated with 1M sulfuric acid. The effect of surface treatment on the carbon fibre, strain rate and temperature on mechanical properties of the composites at various fibre loading (10%-40%) was investigated. It was found that the tensile properties of surface treated carbon fibre TPNR composite increased linearly with fiber concentration and decreased as temperature increased. The tensile stress also increased linearly with strain rate from 10^{-3} to 10^{-1} s^{-1} . SEM micrograph on the fractured surface has shown that the sulfuric treated fibre had improved the fiber-matrix adhesion of TPNR.

Keywords: Thermoplastic natural rubber, TPNR composites, carbon fibre, surface treatment

PENGENALAN

Sifat mekanik polimer dan komposit dipengaruhi oleh pelbagai faktor seperti kadar terikan dan suhu (Agbossu *et al.* 1994 & Hartingsveldt *et al.* 1991). Sifat komposit bergentian pendek dipengaruhi oleh antara muka gentian dan matrik. Big (1987) mendapati bahan penguat dalam bentuk gentian pendek dapat meningkatkan sifat mekanik sesuatu polimer kerana kebolehannya menahan beban tegasan yang dipindahkan daripada matrik polimer (Figueiredo *et al.* 1990). Kajian lepas (Krekel 1994) yang melibatkan rawatan asid-bes menunjukkan terhasilnya lekatan yang baik antara gentian dan matrik kerana ia dapat meningkatkan kekasaran gentian karbon dan seterusnya memperbaiki mod kegagalan (Donnet & Ehrburger 1977). Rawatan permukaan secara pengoksidaan akan menambahkan kumpulan berfungsi pada gentian dan seterusnya meningkatkan ketegaran di kawasan antara muka (Figueiredo *et al.* 1990). Kumpulan berfungsi seperti -COOH memberikan sumbangan pelekatan yang tertinggi pada permukaan karbon (Krekel *et al.* 1993). Kekuatan lekatan melalui kumpulan berfungsi ini meningkat dengan peningkatan atom oksigen (Sawada *et al.* 1993).

Kajian tentang kesan suhu dan kadar terikan bagi kestabilan sifat mekanik adalah penting terutamanya untuk penggunaan dalam struktur komposit (Wu 1991). Gentian karbon tidak terjejas pada suhu kurang daripada 200°C. Sebaliknya kebanyakan bahan termoplastik akan mengalami perubahan rapuh-kenyal pada suhu yang agak tinggi yang dikenali sebagai suhu peralihan kaca, T_g (Cowley *et al.* 1997). Keadaan ini menjelaskan bahawa matrik polimer bergantung kepada suhu, dengan perubahan secara dramatik apabila menghampiri suhu peralihan kaca T_g . Modulus Young dan tegasan putus dalam kajian Nicolais *et al.* (1971) didapati berkurangan dengan peningkatan suhu. Pada kawasan suhu ini, sifat kelikatan bahan meningkat dan tindak balas mekanik polimer lebih bergantung pada kadar terikan (Detassis *et al.* 1995). Dengan demikian modulus Young dan kekuatan alah secara umumnya bergantung kepada kadar ujian yang digunakan (Hartingsveldt *et al.* 1991).

Kertas ini membincangkan kesan rawatan asid, kadar terikan dan suhu ke atas komposit bergentian karbon pendek yang dirawat dengan asid sulfurik.

KAEDAH

Bahan-bahan

Getah asli (NR) jenis SMR-L dibekalkan oleh Guthrie (M) Bhd.; Cecair getah asli (LNR) disediakan secara fotooksidaan oleh Jabatan Kimia, UKM; Polietilena berketumpatan tinggi (HDPE) jenis HMA-016 berketumpatan 0.956 gcm⁻³ dikeluarkan oleh Mobil (M) Sdn. Bhd; Gentian karbon daripada jenis PAN dibekalkan oleh Toray, dengan ± 6 mm panjang; Asid sulfurik berkepekatan 95-97% dibekalkan oleh Merck; Asid nitrik berkepekatan 69-71% dibekalkan oleh Fischer Inorganic, dan natrium hidroksida dibekalkan oleh Hamburg Chemicals dalam bentuk hablur.

Rawatan Gentian Karbon

Gentian dibasuh menggunakan air suling dan dikeringkan pada suhu 110°C selama dua jam. Asid sulfurik (1M) dipanaskan sebanyak 300 ml sehingga suhu mencapai 100°C. Selepas itu gentian seberat 30g direndam ke dalam asid sulfurik selama 1 jam. Gentian tersebut kemudiannya dibasuh dengan menggunakan 1M NaOH dan direflukskan dengan 1M NaOH selama 1 jam. Gentian dikeluarkan dan diekstrakkan dengan air suling dalam kelalang isipadu selama 5 hari. Gentian yang telah bersih dikeringkan pada suhu ambien (27°C) selama 2 hari sebelum digunakan.

Penyediaan Matrik TPNR

NR/HDPE diadun menggunakan Brabender PL 2000 dengan komposisi 60/40 menggunakan 10% LNR sebagai pengserasi. Adunan ini dilakukan pada suhu 135°C dengan kadar putaran 30 rpm selama 15 minit. Matriks TPNR kemudian dikisar dengan Refec Granulator PL 300S menjadi butiran halus.

Penyediaan Komposit TPNR

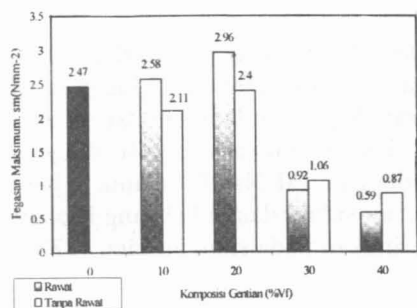
Gentian karbon terawat dan matrik TPNR dimasukkan ke dalam mesin pemutar Brabender dengan komposisi gentian (10%-40%) pada suhu 135°C dan kelajuan 11 rpm selama 11 minit.

Pencirian Bahan

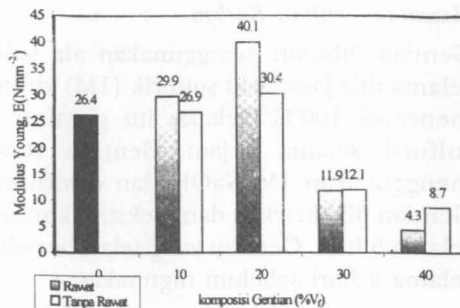
Kekuatan regangan diukur dengan menggunakan alat Universal jenis Llyod PL 2000 buatan Sintech mengikut prosedur piawai ASTM D412 pada kelajuan 50 mm/min, 100mm/min, 500mm/min dan 900mm/min bagi sampel berbentuk "dumbell". Kekuatan hentaman diukur dengan menggunakan mesin bandul digital Universal Fractoscope berjenama Ceast 6545/000 mengikut prosedur piawai ASTM D256-88. Morfologi permukaan patah dikaji menggunakan Mikroskop Imbasan Elektron model XL 30 berjenama Philips.

KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

Rajah 1 menunjukkan penambahan komposisi gentian sehingga 20% meningkatkan nilai tegasan maksimum komposit TPNR dan mengalami penurunan pada komposisi 30% dan 40%. Nilai tegasan adalah lebih tinggi pada komposit dengan gentian yang dirawat dengan asid sulfurik berbanding komposit dengan gentian tanpa rawatan. Keadaan ini terjadi kerana terdapat lekatan yang baik antara matrik TPNR dan gentian yang disebabkan wujudnya mekanisme ikatan kimia dan daya-daya tarikan (Figueiredo *et al.* 1990) oleh kumpulan berfungsi. Kumpulan berfungsi -OH pada permukaan gentian karbon terjana akibat rawatan asid sulfurik (Nakanishi *et al.* 1994). Pada komposisi yang lebih tinggi pula padatan gentian yang rapat menyebabkan matrik tidak dapat meresap di antara gentian dan seterusnya mengakibatkan kurang keberkesannya terhadap bebanan (Karan 1991).



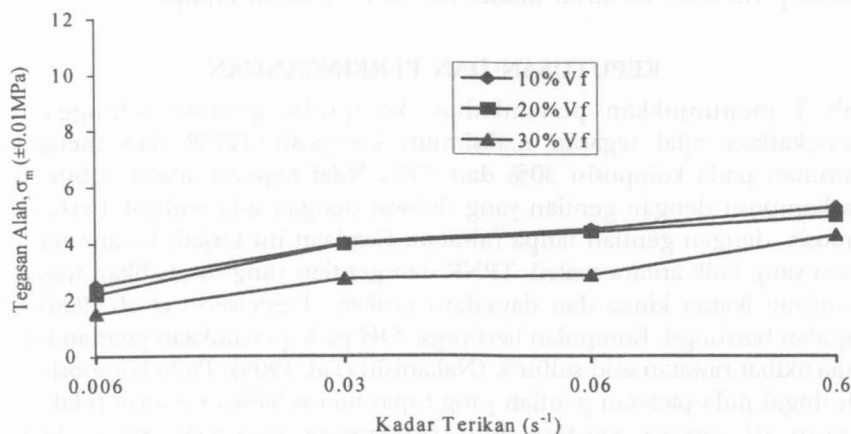
Rajah 1 : Histogram tegasan maksimum melawan komposisi gentian



Rajah 2 : Histogram modulus Young melawan komposisi gentian

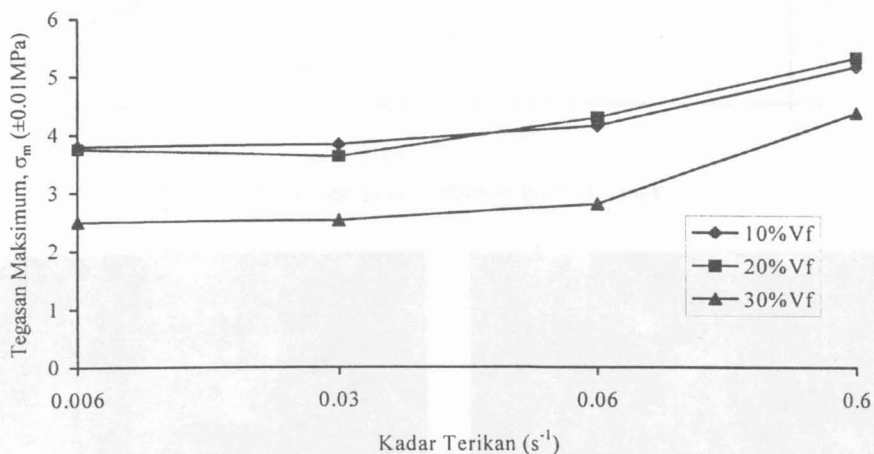
Daripada pemerhatian pada Rajah 2 didapati penambahan gentian meningkatkan modulus Young. Peningkatan modulus Young ini adalah menepati teori penguat yang dicadangkan oleh Kerner (Nicolais *et al.* 1971). Nilai modulus Young komposit didapati meningkat dengan peratus gentian sehingga 20%. Peningkatan ini adalah didapati lebih tinggi pada komposit dengan gentian yang dirawat. Tetapi apabila nilai peratus gentian melebihi 20%, modulus Young komposit jatuh dengan ketara terutamanya bagi komposit dengan gentian yang dirawat. Keadaan ini berlaku kerana kekuatan regangan gentian berkurang apabila rawatan dilakukan ke atasnya (Wu *et al.* 1995). Oleh itu penambahan gentian yang dirawat melebihi 20% menyebabkan komposit mudah mengalami kegagalan apabila bebanan dikenakan kerana kecacatan permukaan yang dihasilkan.

Rajah 3 menunjukkan plot tegasan alah melawan kadar terikan. Daripada rajah tersebut didapati tegasan alah meningkat hampir linear dengan kadar terikan. Ini adalah sesuai dengan dengan teori Eyring.

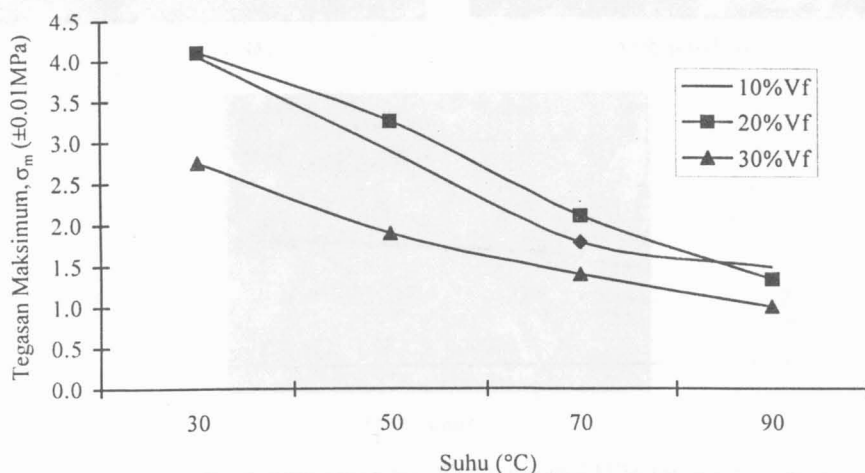


Rajah 3: Graf tegasan maksimum melawan kadar terikan pada suhu bilik

Rajah 4 menunjukkan tegasan maksimum juga meningkat dengan peningkatan kadar terikan yang dikenakan ke atas semua komposisi gentian. Pada kadar terikan yang rendah berlaku mekanisma canggaan yang disebabkan oleh proses terma. Mekanisma ini adalah dikawal oleh canggaan pada matrik dan tegasan akibat kehadiran gentian dan kumin hablur di dalam matrik (Agbossou *et al.*, 1994). Oleh itu kegagalan berlaku dengan mudah pada kadar terikan yang rendah. Menurut Abbossou *et al.* (1994), kadar terikan yang tinggi dikaitkan melalui model mekanik spring yang mengikuti hukum kelikatan Newton. Oleh itu mekanisma canggaan pada kadar terikan yang tinggi adalah berbeza daripada proses terma teraktif. Kajian yang dilakukan oleh Briscoe *et al.* (1985) menunjukkan tiada peningkatan di dalam aliran tegasan pada kadar terikan yang tinggi.

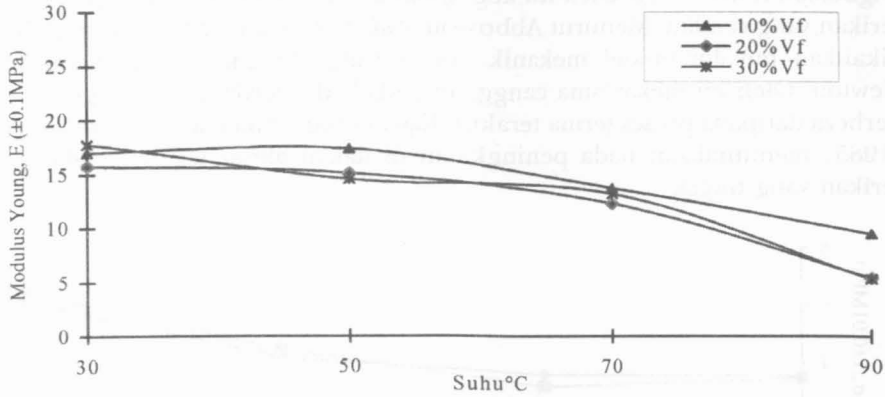


Rajah 4: Graf modulus Young melawan kadar terikan pada suhu bilik

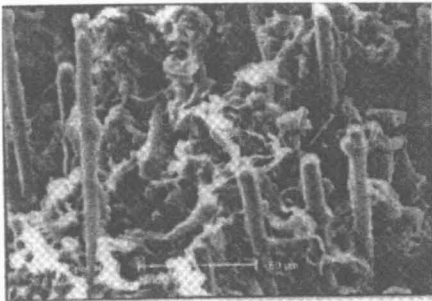


Rajah 5: Graf tegasan maksimum melawan suhu

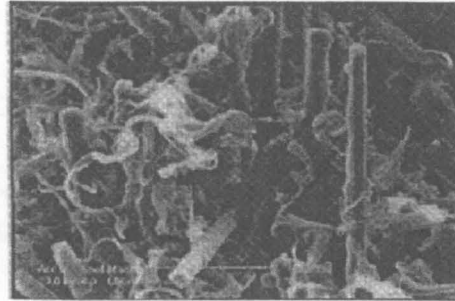
Rajah 5 menunjukkan tegasan maksimum menurun apabila suhu persekitaran ditingkatkan daripada 30°C ke 90°C. Nilai tegasan ini didapati lebih tinggi pada komposisi dengan gentian 20%. Disebabkan matrik TPNR mengalami canggaan apabila menghampiri suhu lebur T_m , iaitu pada suhu yang



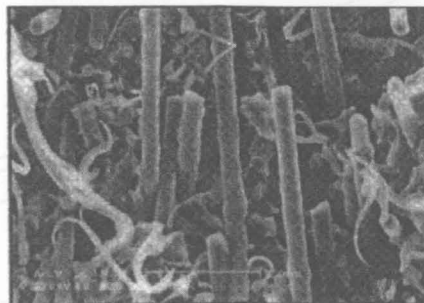
Rajah 6: Graf modulus Young melawan suhu



(a) Suhu 50°C



(b) Suhu 70°C



(c) Suhu 90°C

Rajah 7: Mikrograf SEM komposit TPNR berpenguat gentian karbon pendek pada komposisi gentian 20% pada pembesaran 500 X

lebih tinggi terutamanya pada suhu 90°C, maka ini mengakibatkan lekatan antara gentian dan matrik menjadi lemah. Pada ketika ini daya penarikan keluar gentian daripada matrik dikurangkan (Cowley *et al.* 1997). Oleh yang demikian, didapati modulus Young komposit jatuh dengan ketara pada 90°C kerana kegagalan pada antara muka yang serius (Rajah 6). Corak penurunan nilai ini dapat diterangkan dengan mikrograf mikroskop imbasan elektron (SEM) pada Rajah 7 yang diperolehi dari komposit bergentian 20%. Rajah 7 menunjukkan gentian adalah melekat dengan kuat pada suhu 50°C.

KESIMPULAN

Kajian menunjukkan sifat mekanik komposit TPNR menggunakan rawatan pengoksidaan secara pembasahan asid sulfurik ke atas gentian karbon pendek berjaya ditingkatkan. Kekuatan regangan komposit didapati meningkat dengan kadar terikan dan menurun dengan peningkatan suhu. Mikrograf SEM permukaan patah menunjukkan lekatan yang kuat di antara gentian dan matrik TPNR pada suhu 50°C.

PENGHARGAAN

Penulis mengucapkan terima kasih kepada UKM dan kerajaan Malaysia melalui mekanisme IRPA 03-02-02-0007 dan IRPA 09-02-02-0074 kerana bantuan kewangan dan Che Moh Wan bagi menjayakan penyelidikan ini.

RUJUKAN

- AGBOSSOU, A., P. MELE and N. ALBEROLA. 1994. Strain Rate and Coupling Agent Effect in Discontinuous Glass Fiber Reinforced Polypropylene Matrix. *Journal of Composite Materials* 28(9): 821-836.
- BIG, D.M. 1987. Mechanical properties of particulate filled polymers. *Polymer Composites*, 8: 115-122.
- BRISCOE, B. J. and R. W. NOSKER. 1985. The flow stress of high density polyethylene at high rates of strain. *Polymer Communications* 26: 307-308.
- BRYAN HARRIS. 1986. *Engineering Composite Material* vd. 1. London: The Institute of Metals.
- COWLEY, K. D. and P. W. R. BEAUMONT. 1997. The interlaminar and intralaminar fracture toughness of carbon fibre/ polymer composites: The effect of temperature. *Composite Science and Technology* 57: 1433-1444.
- DETASSIS, M., A. PEGORETTI and C. MIGLIARESI. 1995. Effect of Temperature and Strain Rate on Interfacial Shear Stress Transfer I Carbon / Epoxy Model Composites. *Composites Science and Technology* 53: 39-46.
- DONNET, J. B. and P. EHRBURGER. 1977. Carbon fibre in polymer reinforcement. *Carbon* 15: 143-152.
- FIGUEIREDO, J. L., C. A. BERNARDO, R. T. K. BAKER and K. J. HÜTTINGER. 1990. *Carbon Fibres Filaments and Composites*. London: Kluwer Academic Publishers.

- HARTINGSVELDT, E. A. A. V. and J. J. V. AARTSEN. 1991. Strain-rate dependence of interfacial adhesion in particle-reinforced polymers. *Polymer* **32**(8) : 1482-1487.
- KARAN, G. N. 1991. Effect of fibre volume on tensile properties of real unidirectional fibre-reinforced composites. *Composites* **22**(2): 84-88.
- KREKEL, G., K. J. HÜTTINGER and W. P. HOFFMAN. 1994. The relevance of the surface structure and surface chemistry of carbon fibers in their adhesion to high temperature thermoplastics: Part II Surface chemistry. *Journal of Materials Science* **29**: 3461-3468.
- MÄDER, E. 1997. Study of fibre surface treatments for control of interphase properties in composites. *Composites Science and Technology* **57**: 1077-1088.
- MOHD ISHAK, Z. A. and J. P. BERRY. 1993. Impact properties of short carbon fiber reinforced nylon 6.6. *Polymer Engineering and Science* **33**: 1483-1487.
- NAKAO, F., Y. TANAKA and H. ASAI. 1992. Surface characterization of carbon fibres and interfacial properties of carbon fibre composites. *Composites* **23**: 365-372.
- NICOLAIS, L. and M. NARKIS. 1971. Stress-strain behavior of styrene-acrylonitrile/glass bead composites in the glassy region. *Polymer Engineering and Science* **11**(3): 194-199.
- SAWADA, Y., Y. NAKANISHI and T. FUKUDA. 1993. Effect of carbon fibre surface on interfacial adhesive strength in CFRP. *Composites* **24**: 573-579.
- THOMASON, J. L. and M. A. VLUG. 1996. Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polyethylene: 1. Tensile and flexural modulus. *Composites* **27A**: 477-484.
- WU, H. F. 1991. Effect of temperature and strain rate on tensile mechanical properties of ARALL-laminates. *Journal of Material Science* **26**:3721-3729.
- ZIELKE, U., K. J. HÜTTINGER and W. P. HOFFMAN. 1996. Surface-oxidized carbon fibers: II. chemical modification. *Carbon* **34**: 999-1005.